Standar Nasional Indonesia

SNI 07-0308-1989

Cara uji komposisi kimia baja karbon

ICS 77.080.20

Daftar isi

Cara uji komposisi kimia baja karbon

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji komposisi kimia baja karbon untuk unsur-unsur : karbon, silikon, mangan, belerang, fosfor dan tembaga.

2 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh berdasarkan ketentuan yang berlaku.

3 Cara Uji

3.1 Kadar Karbon dengan Pembakaran Metoda Gravimetri

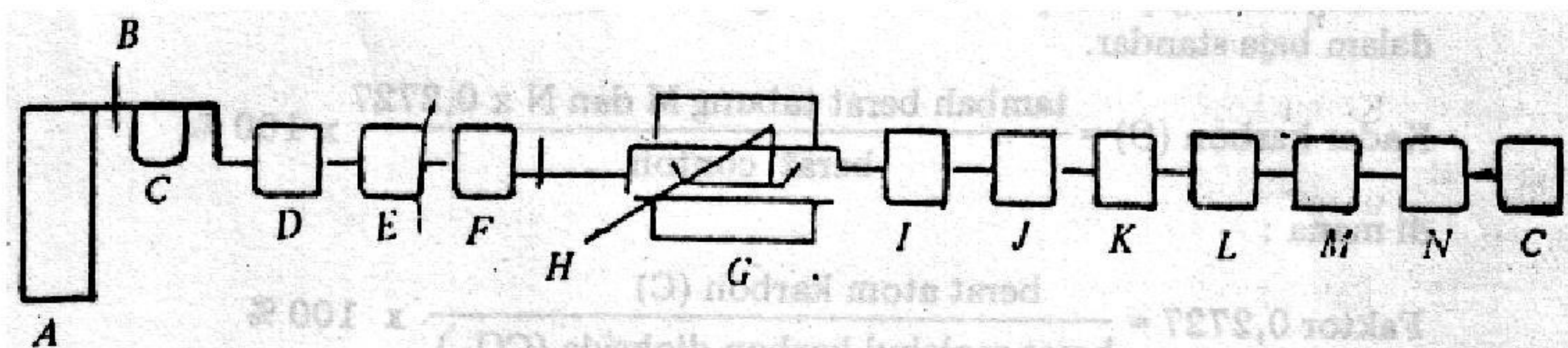
3.1.1 Prinsip

Contoh dibakar dalam aliran oksigen, dan gas karbon dioksida yang dihasilkan ditampung dalam penyerapan yang cocok dan ditimbang.

3.1.2 Pereaksi

- Oksigen
- NaOH 30%
- $H_2 SO_4$ pekat
- Butiran $CaCl_2$
- Asam krom : 40 g $H_2 CrO_4$
- 400 ml $H_2 SO_4$ pekat
- 600 ml air suling
- Kapur natron
- $P_2 0_5$
- Alundum, 90 mesh
- Standar baja karbon.

3:1.3 Peralatan

Skema peralatan yang dipergunakan adalah sebagai berikut :

di mana :

A = botol oksigen

B = pengatur tekanan

C = larutan Na OH 30% sebagai penyerap CO_2

D = penyerap; isi butir-butir $CaC1_2$ untuk penyerap air

E dan F = botol isi $H_2 SO_4$ pekat untuk menahan lembab
G = dapur listrik, dapat mencapai suhu 1400°C.
H = sekoci
I dan J = asam krom untuk mengoksidir gas SO_2
K = berisi $H_2 SO_4$ pekat untuk penyerap lembab
L = berisi $P_2 O_5$ untuk penyerap lembab.
M dan N = tabung U berisi askarit atau kapur natron dengan $P_2 O_5$

3.1.4 Prosedur

3.1.4.1 Penetapan blangko

— Panaskan dapur sampai ± 500°C
— Alirkan oksigen selama ± 30 menit tetapi M dan N dalam keadaan tertutup, sehingga gas-gas ke luar dari alat sebelum M dan N.
— Naikkan suhu sampai 1200°C, sekarang tabung M dan N dibuka dan dibiarkan oksigen mengalir selama 30 menit.
— Tutup tabung M dan N kemudian ditimbang.
— Pasang kembali tabung M dan N pada alat dan alirkan oksigen selama 30 menit.
— Tutup tabung M dan N kemudian timbang lagi.
— Penimbangan pertama dan ke dua hanya boleh berselisih maksimum 1mg.

3.1.4.2 Penetapan dengan standar baja

— Ambil sekoci porselin, beri di atasnya butiran halus alundum (90 mesh) dan ratakan di atas sekoci.
— Timbang 1.000 g serbuk baja standar dan tempatkan yang merata di atas alundum dalam sekoci.
— Tempatkan M dan N dengan kran masih tertutup pada bagian ujung alat.
— Masukkan sekoci berisi baja standar ke dalam tabung pembakaran alat.
— Buka kran dari M dan N dan biarkan pembakaran ini berlangsung se-lama 1 sampai 1,5 jam.
— Tutup kran tabung M dan N
— Keluarkan sekoci dan periksa apakah semua baja telah terbakar.
— Timbang M dan N.

Pertambahan berat tabung-tabung M dan N dikurangi pertambahan berat tabung-tabung pada percobaan blangko adalah kadar CO_2 asal dari karbon dalam baja standar.

$$\text{Kadar karbon (C)} = \frac{\text{tambah berat tabung M dan N x 0,2727}}{\text{berat contoh}} \text{ x 100 \%.}$$

di mana :

$$\text{Faktor 0,2727} = \frac{\text{berat atom karbon (C)}}{\text{berat molekul karbon dioksida (}CO_2\text{)}} \text{ x 100 \%.}$$

3.1.4.3 Penetapan dengan contoh baja

Jika hasil penetapan dengan baja standar di atas sesuai dergan kadar karbon baja standar, maka penetapan dengan contoh baja dapat dimulai; caracaranya sama dengan penetapan dengan baja standar.

$$\text{Kadar karbon (C)} = \frac{\text{tambah berat tabung M dan N x 0,2727}}{\text{berat contoh}} \text{ x 100 \%.}$$

3.2 Kadar Silikon dengan Metoda Gravimetri

3.2.1 Prinsip

Setelah contoh dilarutkan, asam silikat didehidratasi dengan asam sulfat menjadi silikat yang tidak larut

Silika disaring, dipijarkan dan ditimbang, sisa pijar divapkan dengan asam fluorida, residu dipijarkan dan ditimbang.

Kehilangan berat menunjukkan silika. Dari berat silika yang diperoleh kadar silikon dapat dihitung.

3.2.2 Pereaksi dan Peralatan

3.2.2.1 Pereaksi

- HC1 (1 : 1)
- HC1 (b.j. 1,2)
- HNO_3 pekat
- $H_2 SO_4$ pekat
- HF pekat.

3.2.2.2 Peralatan

- Gelas piala 400 ml
- Cawan platina
- Eksikator

3.2.3 Prosedur

- Timbang ± 1,000 g contoh
- Masukkan ke dalam gelas piala 400 ml
- Larutkan dengan 50 ml HC1 (b.j. 1,2) dan panaskan sampai larut.
- Oksidasikan dengan 5 ml HNO_3 pekat
- Uapkan sampai kering
- Turunkan dari api dan dinginkan dalam suhu kamar
- Tambahkan 0 ml HC1 (B.j. 1,2) dan uapkan lagi sampai kering.
- Turunkan dari api dan dinginkan.
- Tambahkan 50 ml HC1 (b.j. 1,2) dan panaskan sampai garam-garam larut semua.
- Saring dengan kertas bebas abu
- Endapan cuci dengan HC1 panas 1 : 1 kemudian dengan air panas sampai bebas asam.
- Endapan masukkan ke dalam cawan platina dan keringkan.
- Pijarkan pada suhu 1100°C

- Dinginkan dalam eksikator
- Timbang (a gram)
- Tambahkan 5 ml HF pekat dan 3 tetes $H_2 SO_4$ pekat
- Uapkan di atas penangas air sampai kering
- Pijarkan pada suhu 1100°C
- Dinginkan dalam eksikator
- Timbang (b gram)

$$\text{Kadar silikon (Si)} = \frac{(a - b) \times 0{,}4675}{\text{berat contoh}} \times 100\ \%.$$

di mana :

$$\text{Faktor } 0{,}4675 = \frac{\text{berat atom silikat (Si)}}{\text{berat molekul silikon dioksida } (SiO_2)} \times 100\ \%.$$

3.3 Kadar Mangan dengan Persulfat-Arsenit Metoda Titrasi

3.3.1 Prinsip

Ion mangan dalam media asam sulfat, fosfat, nitrat atau dalam media ini dengan penambahan asam perklorat, akan dioksidasikan menjadi asam permanganat oleh amonium persulfat dengan adanya ion perak. Asam permanganat di titrasi dengan larutan baku natrium arsenit.

3.3.2 Pereaksi

- Larutan amonioum persulfat (250 g/l)

  Larutan 25 g amonium persulfat, (NH4)2 S2 08 dalam air dan encerkan hingga 100 ml. Jangan digunakan larutan ini bila lebih dari 1 hari.
- Besi, dengan kadar mangan rendah (maksimum Mn = 0,002 %)
- Mangan, larutan baku A (1 ml = 0,0008 g Mn)

  Pindahkan sejumlah mangan yang bersih yang diketahui dari assay, ekivalen dengan 1,6000 g mangan, ditimbang dengan ketelitian 0,1 mg ke dalam gelas piala 250 ml.

  Tambahkan 20 ml HNO_3 (1 : 1) dan panaskan perlahan-lahan untuk melarutkan dan mengeluarkan oksida-oksida nitrogen.

  Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 2 1., encerkan sampai tanda garis, dan campurkan.
- Mangan, larutan baku B (1 ml = 0,0004 g Mn)

  Dengan menggunakan pipet, pindahkan 50 ml larutan mangan (A (1 ml = 0,0008 g Mn) ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis, dan campurkan.
- Asam campur. Dengan perlahan-lahan tambahkan 100 ml $H_2 SO_4$ ke dalam 525 ml air sambil diaduk. Dinginkan; tambahkan 125 ml $H_i PO_4$ dan 250 ml HNO_3, dan campurkan.
- Larutan perak nitrat (8 g/1)

  larutkan 8 g $AgNO_3$ dalam air dan encerkan hingga 1 l.
- Larutkan natrium arsenit A (20 g/1)

Larutkan 20 g natrium arsenit, $NaAsO_2$ dalam air dan encerkan hingga 11.

- Larutan baku natrium arsenit B (1 ml = 0,0005 g Mn)

  Encerkan 100 ml larutan natrium arsenit A (20 g/1) menjadi 1 1 dan saying jika tidak jernih. Larutan dijernihkan dengan karbon dioksida.

3.3.3 Prosedur

- Timbang ± 1,0000 g contoh (0,6 untuk kadar mangan 1,9—2,5%) dan masukkan ke dalam gelas Erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 30 ml asam campur.
- Panaskan sampai semuanya larut.
- Tambahkan beberapa tetes HF bila diperlukan, dan didihkan untuk mengeluarkan oksida-oksida nitrogen.
- Encerkan dengan air hingga volumenya menjadi 250 ml.
- Tambahkan 10 ml larutan $AgNO_3$ dan 15 ml larutan $(NH_4)_2$ S208.
- Panaskan dan biarkan mendidih selama 60 sampai 90 sekon.
- Dinginkan 5 sampai 10°C dalam bak es
- Dengan menggunakan buret 50 ml, titrasi dengan larutan natrium arsenit (1 ml = 0,0005 g Mn). Titik akhir berrvarna kuning.

Untuk standar

- Timbang ± 1,000 g besi, bebas mangan dan masukkan ke dalam gelas Erlenmeyer 500 ml
- Tambahkan 30 ml asam campur.
- Panaskan sampai semuanya larut dan didihkan untuk menghilangkan oksida-oksida nitrogen.
- Pipet satu bagian dari salah satu (atau kedua-duanya) larutan mangan A (1 ml = 0,008 g Mn) atau B (1 ml = 0,0004 g Mn) ke dalam larutan besi, gunakan jumlah nominal yang sama sehingga perbedaan volume titrasi untuk standar dan larutan contoh sesuai dalam 2 ml.
- Encerkan sampai 250 ml.
- Tambahkan 10 ml larutan $AgNO_3$ dan 15 ml larutan $(NH_4)_2 S_2 0_8$.
- Panaskan, dan biarkan mendidih selama 60 sampai 90 sekon.
- Dinginkan 5 sampai 10^0C dalam bak es.
- Dengan menggunakan buret 50 ml, titrasi dengan larutan natrium arsenit (1 ml= 0,0005 g Mn). Titik akhir berwarna kuning.

$$\text{Kadar mangan (Mn)} = \frac{(a \times b)}{c} \times 100\ \%$$

a = ml larutan natrium arsenit yang diperlukan untuk menitrasi mangan dalam contoh.

b = mangan ekivalen = g/m1$^{=}$ D/E.

c = gram contoh

a = gram mangan yang terdapat dalam larutan baku

e = ml larutan natrium arsenit yang diperlukan untuk menitrasi mangan dalam larutan baku.

3.4 Kadar Belerang dengan Metoda Evolusi

3.4.1 Prinsip

Sulfida besi dan mangan jika diberi HC1 pekat akan membebaskan H_2 S yang akan diserap oleh larutan kadmium asetat, atau seng sulfat dengan membentuk endapan kadmium sulfida atau seng sulfida. Ditambah larutan iod berlebihan, dan kelebihan iod ditrasi kembali dengan larutan baku natrium tiosulfat dengan indikator amilum.

3.4.2 Bahan dan peralatan.

3.4.2.1 Bahan pereaksi

- HC1 pekat
- Larutan, Cd (CH_3 $COO)_2$: 35 g Cd asetat, 200 g Na asetat, 50 ml asam asetat pekat diencerkan dengan air hingga 1 liter.
- 0,1 N larutan iodium.
- 0,1 N larutan natrium tiosulfat, 0,1 N Na_t S_2 0_3
- Larutan amilum : 10 g amilum dilarutkan dengan air hingga 1 liter.

3.4.2.2 Peralatan

- Corong
- Labu Kyedahl
- Erlenmeyer
- Pipet

3.4.3 Prosedur

Timbang 5,000 g contoh

- Masukkan ke dalam labu Kjeldahl (I)
- Masukan 100 ml HC1 pekat ke dalam corong A dalam keadaan kran tertutup.
- Buka kran A supaya HC1 mengalir dan bereaksi dengan contoh, kemudian tutup kembali.
- Biarkan reaksi tanpa pemanasan
- Panaskan dengan api kecil kalau reaksi dalam labu I hampir habis.
- Didihkan pelan-pelan sampai contoh larut semua, di mana pada III dan IV akan timbul endapan kuning dari CdS
- Lepaskan III dan IV dari rangkaian.
- Tambahkan dengan pipet masing-masing 10 ml 0,1 N larutan iodium ke dalam III dan IV
- Kocok baik-baik supaya endapan larut.
- Titrasi kelebihan iodium dengan 0,1 N larutan natrium tiosulfat dengan menggunakan indikator amilum. Titik akhir tercapai pada saat warna larutan berubah dari biru menjadi tidak berwarna.
- Lakukan blangko terhadap iodium dengan larutan natrium tiosulfat.

$$\text{Kadar belerang (S)} = \frac{(a - b_l) \times t \times 0{,}016}{\text{berat contoh}} \times 100\ \%$$

a = ml natrium tiosulfat untuk mentitrasi blangko
b, = ml natrium tiosulfat untuk mentitrasi contoh
t = normalitas natrium tiosulfat .

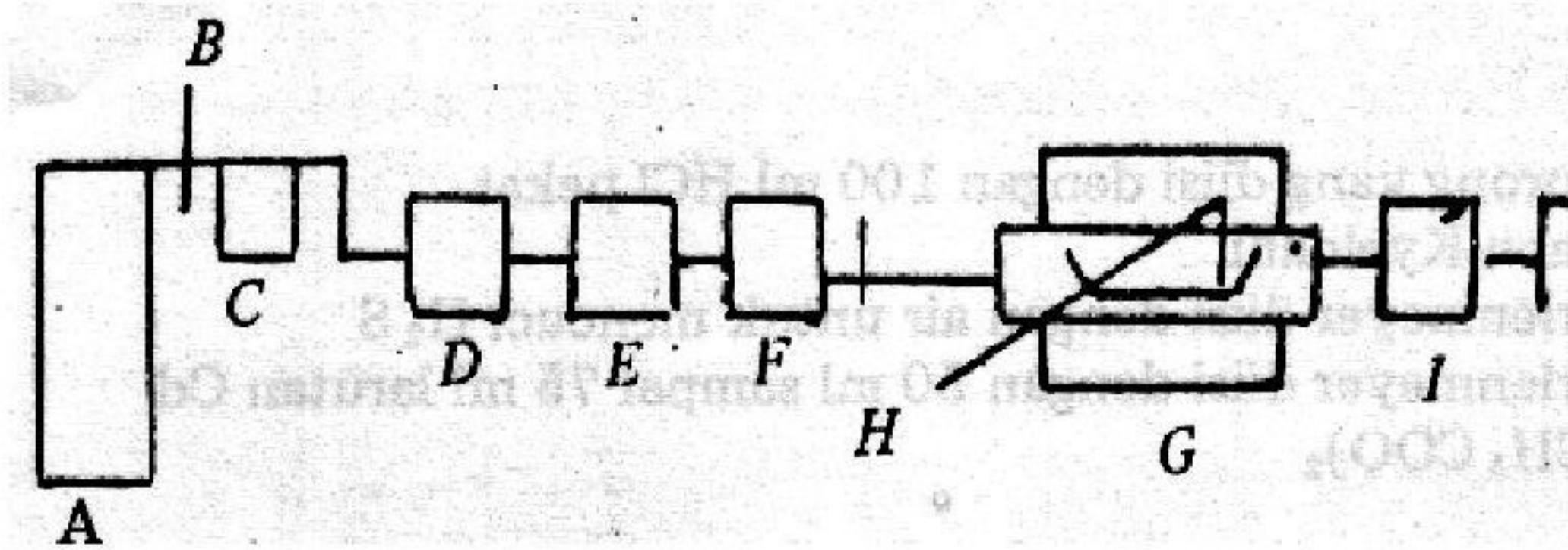
3.5 Kadar Belerang dengan Metoda Pembakaran dan Titrasi

3.5.1 Prinsip

Sebagian besar belerang dalam contoh diubah menjadi belerang dioksida (SO_2) oleh pembakaran dalam aliran oksigen.
Selama pembakaran, SO_2 diserap oleh larutan amilum-iodida yang diasamkan dan dititar dengan larutan kalium iodat.
Untuk mengetahui kemampuan alat sistem dalam mengubah belerang menjadi SO_2 digunakan baja standar yang sudah diketahui kadar belerangnya. Diperhitungkan juga kadar belerangnya dari accelerator dan sekoci.

3.5.2 Bahan pereaksi

- Tembaga (dengan kadar S rendah) sebagai accelerator.
  Berbentuk lembaran segi 4 panjang (sesuai bentuk sekoci).
- Besi (dengan kadar S rendah) sebagai accelerator
  Berupa serpihan kecil.
- Larutan baku kalium-iodat A (1 ml = 0,1 mg S)
  Larutan 0,2225 g $KI0_3$ dalam 900 ml air yang mengandung 1 g NaOH, encerkan 'dalam labu ukur
- Larutan amilum iodida
  Masukkan 9 g kanjj pada galas piala 50 ml.
  Tambahkan 5 -10 ml air, aduk sampai membentuk pasta. Masukkan pasta pelan-pelan ke dalam air mendidih. A Dinginkan dan tambahkan 15 g Kl. aduk sampai KI larut. Encerkan sampai 1 liter.
- Timah (Sn dengan kadar S rendah) sebagai accelerator.
  Berbentuk butiran kecil.

3.5.3 Skema peralatan yang dipergunakan adalah sebagai berikut :

A = Tangki oksigen

B = Katup pengatur tekanan oksigen B = Katup untuk buka tutup

D = Tabung berisi asam sulfat $H_2 SO_4$

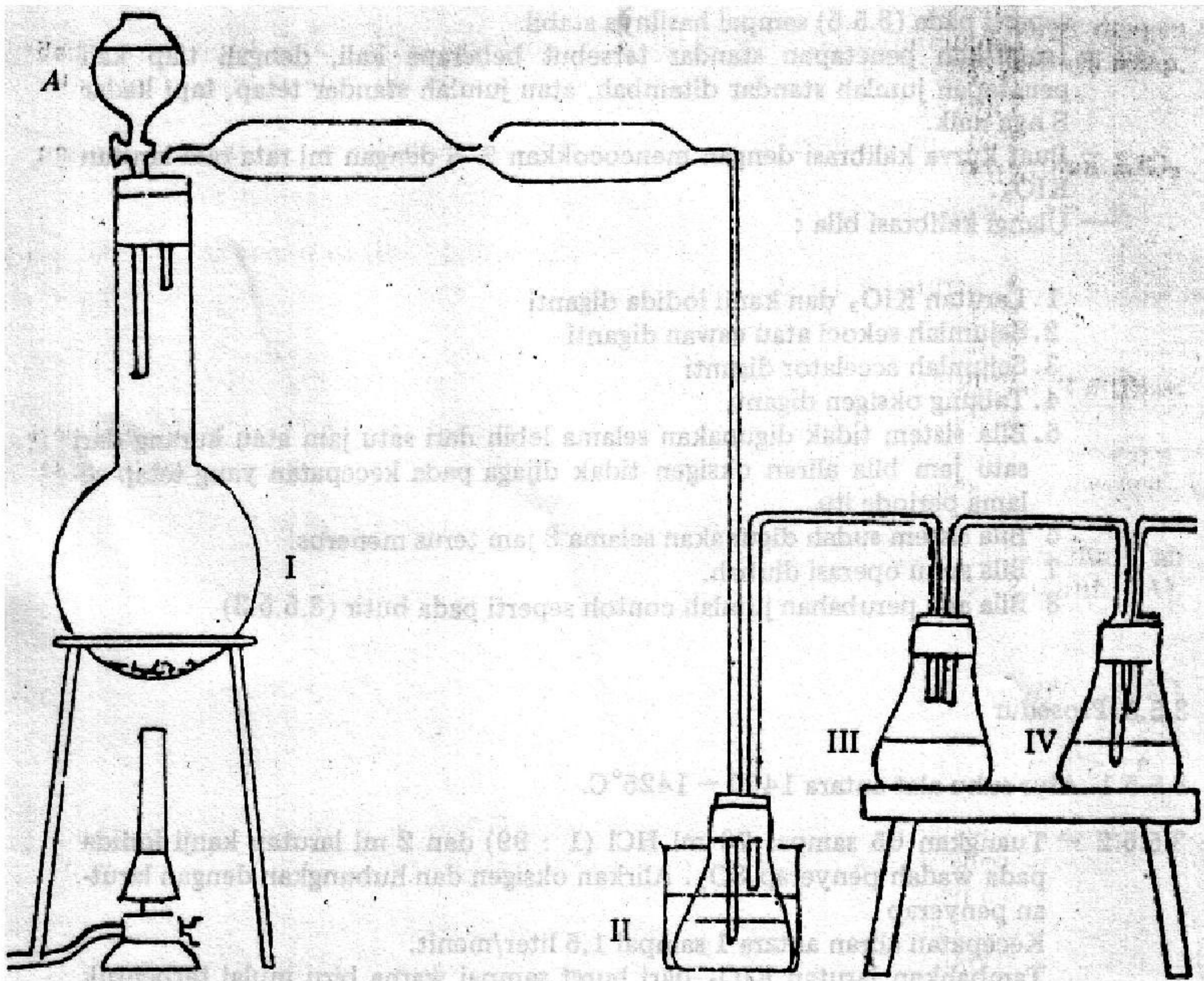
E = Tabung berisi bahan penyerap CO_2 yaitu Mg (Cl 0_4)2

F = Pengatur aliran

G = Tungku listrik

I = Tempat penyerap SO_2 dan titrasi

Gambar 2

Peralatan dan Pengujian Metoda pembakaran dan titrasi di mana :

Gambar 1

Peralatan Pengujian dengan Metoda Evolusi

di mana :

A = Corong yang diisi dengan 100 ml HC1 pekat

I = Labu Kyeldahl

II = Erlenmeyer diisi dengan air untuk mencuci $H_2 S$

III dan IV = Erlenmeyer diisi dengan 50 ml sampai 75 ml larutan Cd $(CH_3 COO)_2$

3.5.4 Kalibrasi

- Pilih sedikitnya dua standar dengan kadar S yang tinggi dan rendah dan juga yang kadarnya pertengahan antara kedua standar tersebut. Standar pertengahan dibuat dengan mencampur setengah-setengah dari standar yang rendah dan yang tinggi.
- Untuk kadar S di atas 0,02% digunakan larutan KIO_3 A (1 ml = 0,02 mg S).
  Untuk kadar S kurang dad 0,02% digunakan larutan B. (1 ml = 0,02 mg S).
- Pilih standar dengan kadar S terendah, buat beberapa kali penetapan seperti pada (3.5.5) sampai hasilnya stabil.
- Lanjutkan penetapan standar tersebut beberapa kali, dengan tiap kali penetapan jumlah standar ditambah, atau jumlah standar tetap, tapi kadar S nya naik.
- Buat kurva kalibrasi dengan mencocokkan % S dengan ml rata-rata larutan KIO_3.
- Ulangi kalibrasi bila :
  1 . Larutan KIO_3 dan kanji iodida diganti
  2. Sejumlah sekoci atau cawan diganti
  3. Sejumlah accelator diganti
  4. Tabung oksigen diganti
  5. Bila sistem tidak digunakan selama lebih dari satu jam atau kurang dari satu jam bila aliran oksigen tidak dijaga pada kecepatan yang tetap se-lama periode itu.
  6. Bila sistem sudah digunakan selama 8 jam terus rnenerus.
  7. Bila suhu operasi diubah.
  8. Bila ada perubahan jumlah contoh seperti pada butir (3.5.5.3)

3.5.5.3 Gunakan berat contoh sebagai berikut :

Kadar S	Berat contoh	Penyimpanan berat contoh yang ditaksir
%	g	mg
0,005 — 0,1	1,000	1,0
0,1 — 0,25	0,500	0,5
0,25 — 0,60	0,250	0,5

Letakkan contoh pada sekoci yang telah dibakar dan ratakar~ dengan ketebalan yang merata.

3.5.5.4 Tutup contoh dengan 0,5 g besi dan kira-kira 0,25 g tembaga. Kemudian sekoci ditutup dengan tutup sekoci yang sudah dipanaskan dan letakkan di pusat pembakaran.

Pipa pembakaran ditutup dan biarkan contoh. dipanaskan selama 1,5 menit. Alirkan oksigen dan selanjutnya dilakukan seperti pada (3.5.5.2).

3.5.5.5 Titrasi SO_2 yang tertampung perlahan-lahan dan terus menerus dengan larutan KIO_3 sampai permulaan warna biru terbentuk. Teruskan aliran oksigen selama 10 menit. Catat pembacaan buret dan kurangi dengan basil pembacaan buret pada (3.5.5.2). Ulangi analisa sampai hasilnya tetap.

3.5.6 Perhitungan

Hitung kadar S dari contoh dengan mencocokkan jumlah ml larutan KIO_3 yang digunakan, pada kurva kalibrasi.

3.6 Kadar Fosfor dengan Metoda Asidimetri.

3.6.1 Prinsip

Fosfor diendapkan sebagai fosfor amonium melibdat.

Endapan dilarutkan dengan larutan baku NaOH dan kelebihan NaOH dititrasi dengan larutan baku NHO_3 dengan indikator fenol ftalein.

3.6.2 Pahan pereaksi

- Larutan amonium molibdat, $(NH_4)2\ MoO_4$

  100 g asam molibdat, $HMoO_4$ 85 % dicampur dengan 240 ml air ditambah 140 ml amonia (0,90), disaring, ditambah 60 ml HNO_3 bj. 1,42 (larutan A).

  400 ml HNO_3 bj. 1,42 (larutan B)

  960 ml air (larutan B)

  Tuangkan kalau sudah dingin larutan A ke dalam larutan B sedikit-sedikit sambil dikocok terus, tambahkan 0,10 g amonium fosfat, diamkan 24 jam sebelum dipakai.

  Atau 40 g amonium molibdat larutkan dengan 320 ml air, tambahkan 80 ml amonium pekat (Larutan A).

  480 ml HNO_3 1,18 (larutan B)

  120 ml air (larutan B).

  Tuangkan larutan A ke dalam larutan B.
- Larutan untuk mencuci :
  a) 30 g $NH_4\ NO_3$ ditambah 20 ml HNO_3 1,2 diencerkan dengan air hingga 1 liter.
  b) 5 g kalium nitrat, KNO_3 dilarutkan dengan air hingga 1 liter.
- Larutan HNO_3 bj. 1,2 -- Larutan KNO_2 10%
- 0,1 N larutan $KMnO_4$
- 0,1 N larutan NaOH
- 0,1 N larutan HNO_3
- Larutan kalium rodanida, KCNS 10%
- Indikator fenol ftalein. 1 g fenol ftalein dilarutkan dalam 100 ml alkohol 95 %.

3.6.3 Prosedur

- Timbang ± 2,0000 g contoh
- Masukkan ke dalam gelas piala 400 ml

- Larutkan dengan 50 ml HNO_3 bj. 1,2
- Didihkan sampai asap coklat yang timbul habis semua
- Teteskan 3 sampai 5 tetes HF jika konsentrasi dari silikon lebih besar dari pada 0,5 %
- Teteskan larutan 1 N $KMnO_4$ sampai mulai ke luar endapan coklat dari mangan oksida
- Teteskan larutan KNO_2 10% sampai larutan jernih kembali
- Tambahkan air sampai isi ± 150 ml.
- Turunkan dari api dan dinginkan pada suhu kamar Tambahkan 20 ml larutan amonia pekat sambil diaduk
- Tambahkan 50 ml larutan amonium molibdat sambil diaduk sampai fosfat mengendap
- Diamkan satu malam supaya turun
- Saying dengan kertas saring biasa dengan ditambahkan bubur kertas
- Cuci dengan larutan amonium nitrat sampai tidak ada besi
- Uji dengan larutan KCNS 10%
- Cuci 3 sampai 5 kali dengan larutan KNO_3 1% sampai netral
- Pindahkan kertas saying dengan endapannya ke dalam Erlenmeyer 300 ml
- Tambahkan 30 ml air bebas CO_2
- Tambahkan dengan pipet 10 ml 0,1 N larutan NaOH dan aduk benar-
- benar sehingga endapan fosfomolibdat larut semua
- Tambahkan 50 ml air bebas CO_2
- Titrasi kelebihan NaOH dengan 0,1 N larutan HNO_3 dengan menggunakan
- indikator -fenol ftalein.
- Titik akhir tercapai pada saat warna larutan berubah dari merah muda
- menjadi tidak berwarna
- Lakukan blangko terhadap 10 ml 0,1 N larutan NaOH ditambah dengan kertas sating, bubur kertas dan 80 ml air bebas CO_2 dengan titrasi memakai 0,1 N larutan HNO_3 .

$$\text{Kadar fosfor (P)} = \frac{(b_l - a) \times t \times 0{,}00135}{\text{berat contoh}} \times 100\ \%$$

a = ml larutan HNO_3 yang diperlukan untuk mentitar' contoh
b_1=ml larutan HNO_3 yang diperlukan untuk mentitar blanko
t = normalitas dari larutan HNO_3.

3.7 Kadar Tembaga dengan Metoda Iodida Tiosulfat

3.7.1 Prinsip

Tembaga dalam larutan H_2 SO_4 diendapkan sebagai sulfida oleh natrium tiosulfat. Endapan disaring dan dipijarkan.

Sisa pijar dilarutkan dalam 11_2 SO_4 atau HNO_3 .

Garam kupri dengan adanya KI akan membebaskan iod, kupro iodida yang tidak larut dilarutkan dengan asam cuka dalam KI berlebihan.

Iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat.

3.7.2 Bahan dan peralatan

3.7.2.1 Pereaksi

- Pesawat Kipp
- Larutan amonioum bifluorida, NH_4 HF_2 (200 g/1)
- Larutan pencuci hidrogen sulfida. Jenuhkan H_2 SO_4 (1 : 9) dengan H_2 S.
- Larutan natrium tiosulfat (500 g/1). Saring jika keruh sebelum digunakan.
- Larutan baku natrium tiosulfat 0,001 g Cu kira-kira sama dengan 1 ml 0,02 N larutan natrium tiosulfat
- 11_2 SO_4 (1 : 9)
- HNO_3 (3 : 5)
- Amonia, NH_4OH
- Asam asetat, CH_3 COOH
- Larutan kanji.

3.7.2.2 Peralatan

- Pesawat Kipp
- Gelas piala 600 ml, 250 ml
- Cawan porselin

3.7.3 Prosedur

- Timbang ± 10,000 g
- Pindahkan ke dalam gelas piala 600 ml
- Tambahkan 100 ml 11_2 SO_4 (1 : 9), dan panaskan perlahan-lahan sampai semuanya larut.
- Encerkan hingga 250 ml panaskan sampai mendidih
- Tambahkan 10 ml larutan Na_t S_2 0_3 (500 'g/l), dan didihkan 5 sampai 10 menit atau sampai mengendap. Letakkan kertas dan endapan dalam cawan porselen atau silika, keringkan dan bakar pada suhu 520 sampai 550° C sampai semua karbon hilang
- Dinginkan dan pindahkan isi dari cawan ke gelas piala 250 ml.
- Tambahkan 5 sampai 6 ml HNO_3 (3 : 5) ke dalam cawan, panaskan perlahan-lahan, dan tuangkan sisa contoh di atas ke dalam gelas piala.
- Cuci cawan dengan sedikit air dan panaskan gelas piala isinya sampai kupri oksida larut
- Uapkan dengan hati-hati sehingga volumenya menjadi 2 sampai 3 ml untuk menghilangkan asam.
- Dinginkan, tambahkan 30 ml air dan tambahkan salah satu 5 ml larutan
- NH_4 HF_2 (200 g/1) atau 1 g NaF untuk mencegah',pengaruh dari ion ferri.
- Tambahkan larutan NH_4 OH sampai basa. Uji dengan kertas lakmus.
- Dinginkan pada suhu kamar. Asamkan dengan asam asetat dan lebihkan 1 ml.
- Tambahkan 3 atau 4 g KI yang dilarutkan dengan sedikit air, aduk dengan baik.
- Titrasi segera dengan larutan Na_t S_2 0_3 (1 ml: 0,001 g Cu)
- Jika warna coklat hampir tercapai tambahkan 5 ml larutan kanji dan teruskan titrasi

sampai titik akhir tercapai, bila warna biru berubah menjadi bening kekuning-kuningan, dan tidak berubah selama 15 sampai 20 sekon.

$$\text{Kadar tembaga (Cu)} = \frac{A \times t \times 0,06357}{\text{berat contoh}} \times 100\ \%$$

A = ml larutan $Na_t S_2 0_3$

t = normalitas larutan $Na_2S_2 0_3$